

BEST AVAILABLE COPY**An agent for protection and lubrication of pipe connections particularly pipe thread sections and tubing on which such an agent is applied****Patent number:** JP6510813T**Publication date:** 1994-12-01**Inventor:****Applicant:****Classification:**

- international: **C10M125/10; C10M169/00; C10M125/00; C10M169/00;**
(IPC1-7): C10M169/04; C09K3/10; F16L15/04;
C10M101/02; C10M105/72; C10M125/10; C10M169/04;
C10N10/04; C10N10/08; C10N20/00; C10N20/06;
C10N40/04

- european: C10M125/10; C10M169/00

Application number: JP19920505978T 19920909**Priority number(s):** WO1992NO00146 19920909; NO19910003627
19910913**Also published as:**WO9306197 (A)
GB2274654 (A)**Report a data error he**

Abstract not available for JP6510813T

Abstract of corresponding document: **GB2274654**

An agent for protection and lubrication of pipe connections, particularly pipe thread sections on tubing for use in oil and gas wells. This agent comprises a mixture of (a) a grease based component and (b) a solid component free of heavy metal, comprising a material in powder form containing titanium oxide (TiO₂-containing material) having a hardness in the range of from about 6 to about 7 mohs.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公表特許公報 (A)

(11) 特許出願公表番号

特表平6-510813

第3部門第3区分

(43) 公表日 平成6年(1994)12月1日

(51) Int.Cl. ^a	識別記号	庁内整理番号	F I
C 1 0 M 169/04		9159-4H	
C 0 9 K 3/10	Z	9159-4H	
F 1 6 L 15/04	A	7123-3J	
/ (C 1 0 M 169/04			
101:02			

審査請求 未請求 予備審査請求 有 (全 9 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願平5-505978
(86) (22) 出願日	平成4年(1992)9月9日
(85) 翻訳文提出日	平成6年(1994)3月11日
(86) 国際出願番号	P C T / N O 9 2 / 0 0 1 4 6
(87) 国際公開番号	W O 9 3 / 0 6 1 9 7
(87) 国際公開日	平成5年(1993)4月1日
(31) 優先権主張番号	9 1 3 6 2 7
(32) 優先日	1991年9月13日
(33) 優先権主張国	ノールウェー (NO)

(71) 出願人	ビク、トロン、クル ノルウェー国エヌ-1413 タルナセン、ベ ステンガ 8
(72) 発明者	ビク、トロン、クル ノルウェー国エヌ-1413 タルナセン、ベ ステンガ 8
(74) 代理人	弁理士 浅村 皓 (外3名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 パイプ結合部、特にパイプねじ部の保護用および潤滑用薬剤、およびこのような薬剤が塗布されている管材

(57) 【要約】

パイプ結合部、特に油井およびガス井に使われる管材のパイプねじ部の保護および潤滑用の薬剤。この薬剤は (a) グリース基剤成分および (b) 約6~約7モー (m o h) の範囲の硬度を有する酸化チタン (T i O₂ 含有物質) 含有の粉状物質を包含する、重金属を含まない固体成分との混合物を包含する。

序言(内容に変更なし)

請求の範囲

1. パイプ結合部、特に油井およびガス井に使われる管材のパイプねじ部の保護および潤滑用の薬剤において、
 - (a) グリース基剤成分、および
 - (b) 約6〜約7モール(mol)の範囲の硬度を有する酸化チタン(TiO₂、含有物質)含有の粉状物質を包含する、重金属を含まない固体成分との混合物を包含することを特徴とするパイプ結合部の保護および潤滑用の薬剤。
2. 成分(a)が、約80〜95重量%、特に約90%なる量の石油系スルファネート、スルホン酸カルシウムと約5〜20重量%、特に10重量%なる量のパラフィン系鉱油との混合物から構成されることを特徴とする請求項1記載の薬剤。
3. 成分(a)が、「メルカソル630」、つまり、約90〜95重量%の石油系スルホン酸カルシウムと約5〜10重量%の鉱油から構成されることを特徴とする請求項1および2記載の薬剤。
4. TiO₂、含有物質が、メルカソルから成ることを特徴とする請求項1記載の薬剤。
5. TiO₂、含有物質が、0〜40、好ましくは0〜20μmの範囲の粒子径を有していることを特徴とする請求項1記載の薬剤。
6. 薬剤が、
 - (i) 約80〜99.9重量%のグリース基剤、
 - (ii) 約0.1〜20重量%のTiO₂、含有物質を包含することを特徴とする請求項1〜5記載の薬剤。
7. 薬剤が、
 - (i) 約97重量%の「メルカソル630」の型のグリース基剤、
 - (ii) 約3重量%のメルカソル型のTiO₂、含有物質を包含することを特徴とする請求項1〜6記載の薬剤。
8. 請求項1〜7に記載の薬剤が、パイプねじ部および/またはその結合部に塗布されていることを特徴とする管材。

じとねじ管に用いられており、これに加えて、例えば、ねじの上に被せられる鋼線強化プラスチック製スリーブなどのような形のねじ保護材も用いられている。このような保護材は、検査のために取り外すことが必要な場合を除いて、パイプを現場で使用するときに初めて取り外すものである。

保存用の薬剤は、潤滑用グリースのコンシステンシーを有する物質の形であるが、いろいろな雰囲気にも耐える力があり、耐腐食性であり、撥水性であり、耐温度性であり、塗布、乾燥ともに容易であり、そして環境に有害性でなければならない。通常の手順は、該パイプを取り付け、使用する前に潤滑用グリースを取り除き、ねじの幾何学的形状と金属学的要求に関する摩擦および密封性要件を満足させるために新しいねじグリースを塗布することである。

従って、今日ではパイプの保存および輸送中の保護として塗布する薬剤と、これは別にパイプをねじで結合して、これを油井に降ろす作業をする現場で用いる時に最初の薬剤を取り除いた後で塗布する別の種類の薬剤とがある。上記のようにこのような薬剤は、性能と耐温度性に関して厳格な要件を満足しなければならない。従って、API(米国石油協会)では前記薬剤が満足すべき規格を定めている。API公報5A2を参照すると次のように定められている。

- (i) 合わせ時にねじの結合部に乳白を生じさせない適当な潤滑性。
- (ii) 150℃までの温度で分解または大きな容積変化の傾向がないこと。
- (iii) 150℃でも高い温度でも過度の流動的コンシステンシーを示さないこと。
- (iv) 密封性は、150℃でも高い温度で漏洩を防止するに十分であること。
- (v) 有害な不安定性がなく、蒸発したり酸化したりして、ねじに塗布のベーストの性質を変えてしまう乾燥性薬剤や硬化剤が含まれていないこと。
- (vi) 水分吸収に対して耐性があること。
- (vii) 68°F、5MIPもの高圧でAPIねじ結合部の漏洩を防止するに十分な不活性充填剤を含有していること。
- (viii) 冷たい天候でもパイプの結合部に容易に剥毛で塗布できること。
- (ix) ねじとシール部で耐蝕性であること。

このようなねじ部に用いる潤滑並びに保存用の既知の薬剤は、いわゆるグリース薬剤を含むが、その外にケイ素化合物も含んでいることもある。グリース薬剤

序言(内容に変更なし)

明 細 書

パイプ結合部、特にパイプねじ部の保護用および潤滑用薬剤、およびこのような薬剤が塗布されている管材。

本出願は、一般に保護用および潤滑用に用いられる薬剤に関するが、保存及びパイプ結合部、特にパイプねじ部に関連して特に適用性があり、以下にそのような使い方について記載される。本発明は、また前記薬剤が塗布されている管状材料にも関する。

本薬剤は、オフショア(Offshore)およびオンショア(Onshore)両構造層において油とガスとを掘削、産出させることに用いて使用することを目的とする管状材料に使用するのに特に適している。本薬剤は、パイプの鋼の品質に左右されず、管の保管/輸送の際および油/ガス井での使用の際の両状況にすべての種類の管状材料に使用することができるという意味で普遍的な薬剤であるということが出来る。

油やガスの産出は、オンショア、オフショアともに近年発展しつつある主要な産業である。採油は、主として大きな国家的または国際的な会社によって行われているが、原理的には同じ技術的設計に基づいて運営されている。

掘削、採油および生産には、採用する方法に極めて高い要求があり、使用材料自体にも、その材料の保護、保全、維持にも高度な要件を要求する巨額の投資が行われる。

産出油井の閉鎖およびその完成に至るまでには、いろいろな種類の材料、例えば、炭素鋼、クロム鋼などのパイプが用いられ、これらのパイプにはすべていろいろな構造のねじ部があり、部付けの際には正確に定義された技術で相互にねじ合わせて結合される。ねじ部は、許容誤差が小さいのでその保護には厳密なやり方が必要である。掘削用パイプ、外装および管を製造、販売する製鋼所の方では、これらの製品を内外共に保護する方法を取っている。しかし、全ての製品のうち最も大事であり、そして最大の注意が払われているのは、ねじ部の保護である。いろいろな種類の保存用グリースが内側と外側の(「ピン端とボックス端」)ね

は処理油と一緒に用いられる特殊な石鹸基剤の物質から成っている。ケイ素が含まれていると、低温特性が改良され、水で濡れているねじに適用するのに優れた性質が得られる。ケイ素は、ねじ用コンパウンドの密封性や耐腐食性を必ずしも改良するものではない。

以前から現在までに使用されている薬剤は、二つの成分範囲、すなわち、(1) グリース基剤部分と(2) 固体部分から成っている。この種の既知で、現在用いられている薬剤の例は、グリース基剤(混合物全量当たり36重量%の量)、粉状のグラファイト、鉛粉、亜鉛粉末および銅片(混合物全量当たり54重量%の量)から成るものである。従って後者の三種の固体成分は、重金属からなることになる(1988年5月31日付け第8版API公報5A2(BUL5A2)の外装、管、パイプライン用ねじコンパウンド公報を参照のこと)。環境の保全や浄化に向けて、そして環境汚染の防止の重要性に向けて世の中の関心が著実に増大している現状では、重金属を含むこのような薬剤は、極めて不利であることは明らかである。このような重金属は環境に有害な影響を与える恐れがあるという事象があるからである。

掘削用/生産用パイプのねじ部に重金属含有潤滑ペーストを使用することは、環境汚染の潜在的リスクとなるものであり、さらにはこのような薬剤を取り扱っている者に危険となる恐れがあることは、明白である。

また、グリース基剤成分とセラミック添加剤の固体成分とを包含する薬剤も既知ではある。しかし、この薬剤は、前記薬剤に対して確立されている要件に関して不適当であることが判明している。

本発明の目的は、パイプのねじ部に使用するに適した保存および潤滑の両特性を有する薬剤、すなわち、保管および輸送時の保存剤として働き、またパイプのねじ部が結合される時の潤滑剤としても働く両機能を有する薬剤を提供することである。これは、保存目的には好適な性質を有しない既知の潤滑剤、および潤滑剤の性質を有していない既知の保存剤とは対照的である。

本発明の第二の目的は、掘削および生産用のパイプのねじ部に使用するに適する保存、潤滑かつ耐腐食特性を有する薬剤で、有害な重金属を含有しない薬剤を提供することである。

さらに、本発明の別の目的は、前述の種類の薬剤で、最小限としては、上記のAPI要件を満たす薬剤を提供することである。しかし、付け加えなければならないことは、最適な、すなわち改良された耐れみ作用（上記(i)に記載）を得ることを考慮して、本発明者の選択では、既述のAPI要件より僅かではあるが過剰した値を採用することにしたことである。

従って、本発明によれば、パイプ結合部、特に油井およびガス井に使われる管材のパイプねじ部の保護および潤滑用の薬剤が提供され、この薬剤は、

- (a) グリース基剤成分、および
- (b) 約6〜約7モ（moh）の範囲の硬度を有する酸化チタン（TiO₂、含有物質）含有の粉状物質を包含する、重金屬を含まない固体成分の混合物を包含することを特徴とする。

高負荷の条件下で軸受けの腐蝕を最小限にするために潤滑グリース中の添加剤として固体充填剤を使用することは、既知であると言うことができよう。このような添加剤としては、グラファイト、二硫化モリブデン、アスベスト、タルク、酸化亜鉛などが挙げられる。酸化亜鉛は本発明の薬剤に使用するのは適当ではないであろう。環境を汚染する作用があるから望ましくないし、硬度が不適当であるからである。

本発明の薬剤は、APIの上記仕様(i)〜(viii)をすべて満足する。ただし、耐れみ性に関する上記の過剰は例外である。特に注記したいのは、本発明の薬剤が325℃以上もの高温に耐えることであり、これは域に顕著な特徴である。

本発明によれば、本発明の薬剤が、上記のように、パイプのねじ部及び／又はパイプの接続部に適用されることを特徴とする管状材料が提供される。

好適なグリース基剤成分(a)は、次の組成：約80〜95重量％、特に約90〜95重量％の石油系スルホン酸カルシウムおよび約5〜20重量％、特に10重量％程度のパラフィン系鉱油を有する。

既知の薬剤と比較して特に有利な点は、本発明の薬剤は決して乾燥しない（クラックが生じない）ということが言えよう。そのお蔭で上記のような有利な保存並びに潤滑特性が得られることになる。

本発明のグリース基剤部分は、溶剤を含んでいないので、これは、本発明の製

品についての環境に有利な性質を強調するものである。

組成(a)の一部であるパラフィン系鉱油は、軟化剤としての機能を有し、粘度調整剤であり、潤滑剤としての性質を有する。特に好ましいのは、商標「メルカソル630」の名で販売されており、前記の種類の成分を含有するグリース基剤である。より詳しく言えば、「メルカソル630」は、約90〜95重量％の量の石油系スルホン酸のカルシウム塩（例えば、商標SAC1200Aを有する市販品）と、約5〜10重量％の量の粘度調整剤としての鉱油を含有する。

全体的に言えば、グリース基剤は極めて良好な腐食防止作用も有しているもので、この事實は、本発明の薬剤が、なにかんずく、海水中および地下層中の腐食性の塩と接触して用いられる環境では相当な重要性を有するのは当然である。

固体成分(b)としては、前述のように、約6〜約7モ（moh）の範囲の硬度を有する酸化チタン（TiO₂、含有物質）含有物質が用いられる。固体成分(b)として硫酸塩含有岩石または鉱物材料、例えば、バイオタイト（「マイクロマイカ」）を用いることも可能であると言えるが、これを用いると、最終コンパウンド製品が管材料の金属に対してれみ性を与えるリスクが大きくなるので、全てのパイプ寸法に対して好ましいとは言えない。

明らかとなるように、本発明の固体成分(b)は重金屬を含有していないので、従って環境部門の今日の要件を満たしている（PARI委員会（PARCOM）ガイドライン）。

TiO₂、含有物質は、純粋なTiO₂、または天然産のルチル形から成ることが好ましい。さらに、0〜40マイクロメートル（μm）の範囲の粒子径で用いられるのが好ましく、最も好ましくは0〜20マイクロメートルの範囲であり、約6〜約7モの範囲の硬度を有していることである。

本発明が使用されるねじを有する実際のパイプに用いられる潤滑は約5、5モ程度の硬度を有する。約6〜約7モの範囲の硬度を有しているTiO₂、含有物質を用いると、本発明の薬剤中のこの固体成分は、鋼に対して上記に示された値（これは、絶対的な要件であることは勿論である）以下になろう。

本発明の薬剤の一形態では、グリース基剤約80〜99、9重量％とTiO₂、含有物質約0、1〜20重量％とを包含している。本発明の特に好ましい薬剤は、

つまり、差の％は：0、81％

従って、ねじ部を取り外す／緩める（取り戻す）のにかかったトルクは、結合する際に用いられたトルクと長時間同じである。

上記の実験並びに以下に記載の実験においてはすべて「メルカソル630」約97重量％と、約6、5モの硬度を有しているTiO₂、含有物質とを含有する薬剤が用いられた。

使用鉱物性添加物が老化プロセスに如何に有利な作用を、つまりそれを防止するかを示すために、グリース基剤を単独に用いて、つまり鉱物の添加を行わずに比較を行った。

(a) ねじ部をねじ込む（結合する）のにかかったトルク5、667 N・m

(4、180フィート・ポンド)

(b) ねじ部を緩める（取り外す）のにかかったトルク2、278 N・m

(1、080フィート・ポンド)

つまり、差の％は：59、8％

従って、ねじ部を取り外すのにかかるトルクは、結合するのに較べて相当に低いので、このために、前記のように、パイプ長さの自己緩脱またはねじ緩みを起こさせる恐れがあることになる。実際では、結合時と緩脱時のトルク差は許容偏差±10％の範囲でなければならない。

総括すると、以上の結果が明確化させたことは、前記のTiO₂、含有物質を含む本発明の薬剤が、以下の有利な効果を提供することである。すなわち、

- (i) 環境的に好ましい特性を有する。つまり、環境汚染作用がない。
- (ii) パイプのねじ部をねじ込んだり、ねじを緩めて取り外したりする時研削作用がある。つまり、有利な摩滅特性がある。
- (iii) 保存能力を向上させる性質に寄与する。
- (iv) 結合時と取り外し時との許容差が極めて小さくなければならないという要件を満足する。
- (v) 既知の、使用されている薬剤に比較して費用を節約できる。保存用と操作用の両用途に使い、その品質が改良されているので点検の頻度が少

「メルカソル630」型のグリース基剤約97重量％と、約6、5モの硬度を有しているルチル型のTiO₂、含有物質3重量％とを含んでいる。

本発明の薬剤をパイプのねじに用いる時には、前記粒状鉱物性は、パイプがねじでねじ込まれ（結合され）る時、さらに細かい粒徑に砕かれるので、パイプ間に存在していた密封性を損なうことはないであろう。さらにこのねじ込み／結合操作の際にはこれらの作業によって研削作用も働くので、この作用は、ねじを緩めたりまたは分解する時、つまり、前記パイプを何らかの理由で再び結合を確めたり／ねじを戻したり（「取り外し」）する時に関連して有利な機能となろう。従って、上記の粒状鉱物性は、本発明の薬剤に対して単なる充填剤としての性質を付与する以上のものである。

これから明らかになることは、上記の鉱物性、無害性添加剤は、本発明の薬剤に必要な摩滅特性（結合や分解操作にとって非常に重要）を賦与することに関し、つまり、このような操作において適用しなければならないトルクに関して極めて有利な効果を有していることである。上記の摩滅特性は、パイプの全長が、例えば、地中や地層中の掘削、機械的衝撃または打撃のような外部応力によって緩んだり、ねじが外れたりするリスクがないようなものでなければならない。

潤滑用グリース組成物が老化プロセスを経ることは一般的な事柄であるが、前記粒状鉱物性添加剤は、このような老化プロセスを著しく遅延させたり、あるいは防止し、そして上記グリース基剤に長期的な有利な堅牢性を賦与するという有利な特性を有する。実験によって見出されたことによると、本発明の薬剤が塗布されたパイプがねじで結合される時、使用トルクは、長期間検査した後にパイプのねじを緩め外すのに必要なトルクと同じである。前記実験では、本発明の薬剤、つまり、TiO₂、含有物質が添加されているグリース基剤に対して以下の結果が得られた。

(a) ねじ部をねじ込む（結合する）のにかかったトルク4、210 N・m

(3、105フィート・ポンド)

(b) ねじ部を緩める（取り外す）のにかかったトルク4、178 N・m

(3、080フィート・ポンド)

なくなるからである。

- (vi) API RP 7A1によって測定される摩擦係数は1.03(ロータリー・ショルダー・コネクション(rotary shoulder connections)に対して)。

本発明の薬剤は、上記のように、貯蔵中にも輸送中の状況にも、さらに抽井およびガス井での運転条件下にも適用出来るので、比較は、グリース基剤(A)「メルカソル630」と本発明の薬剤(B)との間で行った。グリース基剤(A)は、本発明の薬剤の成分として使用され、これは、今までのところ単独で(つまり、鉱物性物質の添加無しで)初配貯蔵および輸送状況下に用いられている。

以下の表には本発明の薬剤を他の適当な既知の薬剤と比較して用いて得たデータを示す。これらのデータは実験室での試験から得たものである。

表1

腐食試験

ASTM 117B, ISO 7253, 1984に従って塩水噴霧試験を行った。本発明の薬剤は、最小SIS(スウェーデン規格)SA2.5にサンドブラストした鋼板に厚さ15~200μmで塗布した。

製 品	0時間	300時間	600時間
A	R10	R10	R14 (20μm)
B	R10	R10	R10.5 (20μm)

A = グリース基剤単独
B = 本発明の薬剤
Ri = 腐食程度を示す工業規格
0 = 錆なし

成分を含有する製品Bには不安定性が認められない。鉱物摩擦付与成分が、腐食と温度に関してその耐性と安定性を向上させることは驚く程である。

以下の表4には、API公程SA2に記載のAPI要件と本発明薬剤の性質を比較するために行われた実験室試験から得られた試験結果を示す。試験は次のAPI仕様に一致するように行われた。該仕様とは、次の通りである。

1. 薬剤の金属への浸透 (ASTM D 217)

- (a) 25℃で未使用/使用
(NLGI)*グレードNo. 1)

- (b) -17.8℃での冷却後

*NLGI = 国立潤滑用グリース協会

(National Lubricating Grease Institute, 4638 J.C. Nichols Parkway, Kansas City 12, Missouri, USA)

この試験は、薬剤のねじの上におけるコンシステンシーを測定するものである。

2. メトラー落下点 (ASTM D 566)

この試験は、薬剤が落下する温度を測定するものである。

3. 蒸発、%、100℃で24時間

この試験は、静的条件下で100℃で薬剤からの揮発性物質のロス測定するものである。

4. 油分離、%、65.6℃で24時間

この試験は、静的条件下で65.6℃で分離する薬剤の傾向を測定するものである。

5. 水の浸出、65.6℃で2時間

この試験は、水に打たれた時の薬剤の抵抗性を測定することに関する。

6. ガスの発生、65.6℃

この試験は、薬剤が発生するガスを測定するものである。

7. 刷毛性、17.8℃

- (a) ブリistol (Bristle) 毛長42mm

- (b) ブリistol (Bristle) 毛長25mm

表2

耐熱性 : 厚さ2mmを有する数種の1時間後のコンシステンシー(塩水噴霧の時と同じ表面基板)。

製 品	100℃	200℃	300℃
A	良好	良好	良好
B	良好	良好	良好

(325℃以上でも)

表3

製品Aと製品Bとの比較

製 品	塩水噴霧 600 時間	耐熱性 250℃	コンシ ステン シー	ねじ への 塗布	600 時間塩 水噴霧 後外観
A	2	OK	1	容易	2
B	1	OK	1	容易	1

1 = 最優秀、2 = 最劣等

試験条件:

塩水噴霧:

ASTM 1178, ISO 7253, 1982

耐熱性:

幅10mm、厚さ2mmの薬剤片をオープンに1時間垂直に掛ける。

コンシステンシー/塗布:

主観試験: 外観の目視

結論:

製品B(本発明の薬剤)は、製品A(グリース基剤単独)より総合的に優れた結果を示す。両製品とも極めて優れた耐熱性と塗布性を提供する。鉱物摩擦付与

(c) ブリistol (Bristle) 毛長16mm

この試験は、刷毛を用いてねじの上に薬剤を効果的に塗布できるかどうかを測定することに関する。

表4

試 験	本発明の薬剤	API仕様
1. 浸透		
(a)	314/318	310/340
(b)	134	200 (最小)
2. 落下点、℃	>300	88℃ (最低)
3. 蒸発、%、100℃	0.3	2 (最大)
4. 油分離、%、100℃	0	5 (最大)
5. 水の浸出	3.1	5 (最大)
6. ガスの発生 63.6℃cm ³	3.4cm ³	20 (最大)
7. 刷毛性		
(a)	適用外	適用可
(b)	適用可	適用可
(c)	適用可	適用可

これらの結果は、本発明が有利な特性を有していることを示すものである。従って、これらは、本発明の薬剤が真金銀を含んでいないという事実の観点から評価されねばならない。

以下に報告するのは、本発明の薬剤と既知の薬剤とを野外試験で実験や試験を行って得られた結果である。これらの試験は、ウェザーフォードマシン(Weatherford machine)を用いて、ノルウェーのフロロ(Floro)にあるスタオイル基地(Statoll's base)で行われた。試験温度は12〜14℃、相対湿度は約70%で、天気は晴れであった。

目的は、本発明の薬剤(鉛、銅、亜鉛などのような重金属を含まないが、それでもAPI公報5A2に要求される基準を維持している)を試験し、この薬剤と既知の薬剤(重金属を含むものと含まないもの)とを比較することであった。本発明の薬剤については、表1〜表4に示されるように、試験を行い、代表的な種類のねじ部用グリースとの比較を行った。保存用と運転用の両用途について行われたが、特に保存用に関しては次の項目に比重を置いた。すなわち、

- 1) 耐蝕性
- 2) 耐熱性
- 3) 潤滑作用
- 4) 水置換性
- 5) 耐湿度性
- 6) 値市特性
- 7) 剥離特性
- 8) 環境への無害性

これらの項目に加えて操作(結合と取外し)の所状況)に関連して最も重要な因子、すなわち、

- 9) 耐乳み作用
- 10) 重金属不添加状態での非乾燥作用
- 11) 密封性

本発明の薬剤は、上記の項目(1)〜(8)に関しては有利なものであることが、試験の全てにおいて示された。従って、項目(9)〜(11)について本発明の製品と、既知の、野外のリア(rig)を用いた試験の助けを借りて通常使われている薬剤とを比較し、ねじ締めとねじ緩め(結合と取り外し)との間のトルク関係

を定めることは興味あることであった。

基本的には、二種の品質の鋼、すなわち、

- 炭素鋼 (L-80, N-80およびK-55)
- クロム鋼 (最も普通には13%クロム)

を用いた。

異なる鋼材寸法、鋼品質並びに異なるねじ種類を有するパイプは全て一定のトルク(フィート・ポンド単位で測定)でねじ締めを行った。

この試験では以下の種類のねじ用グリースを用いてその摩擦係数形成作用と潤滑作用について試験を行なった。

製品A 本発明の薬剤(重金属の添加なし。しかし鉱物成分(b)は含有するもの)

製品B API修飾潤滑シール、液体-O-リング、重金属入り(既知の薬剤)

製品C 液体-O-リング104、テフロン基剤、重金属入り(既知の薬剤)

パイプ寸法については以下のものを用いた。

試験1

5 1/2" - L炭素鋼-BDSねじ

5 1/2" - 13CR-13%クロム鋼-BDSねじ(マンネスマン社製のねじ種)

試験2

13 3/8" - N80炭素鋼-このねじ、普通ねじ種径13 3/8" 以上

試験3

20" - K55炭素鋼-大オメガねじ、ねじ種径16" 以上、マンネスマン社製

試験4

26" - K55炭素鋼-大オメガねじ、ねじ種径16" 以上、マンネスマン社製

以下の寸法を以下の試験2、試験3、および試験4で用いた。

13 3/8" IDパイプジョイントリリース、約52、647N・m(38、830フィート・ポンド) - 洗浄(旧)

20" IDパイプジョイントリリース、約104、193N・m(76、850フィート・ポンド) - 洗浄(旧)

26" IDパイプジョイントリリース、約99、110N・m(73、110フィート・ポンド) - 洗浄(旧)

油圧パワーユニットウェザーフォードマシンCAM-F-28No. 01を用いた。

試験1

ウェザーフォードマシン: 油圧バックホフ-ポスター(Poster) No. 79で行なった。

結合時	取外時	最小	最大	損傷	損傷
トルク	トルク	トルク	トルク	前	後
N・m	N・m	N・m	N・m	N・m	N・m
(フィート・ポンド)	(フィート・ポンド)	(フィート・ポンド)	(フィート・ポンド)	(フィート・ポンド)	(フィート・ポンド)
1.1.)					
5 1/2"-L80-BDS	6464		5396	6806	
製品A 約20g(4790)	none	(3980)	(5020)	none	none
1.2.)					
5 1/2"-L80-BDS	6562		5396	6806	
製品B 約25g(4840)	none	(3980)	(5020)	none	none
1.3.)					
5 1/2"-13CR-BDS	6847		6481	10874	
製品A 約20g(5050)	none	(4780)	(8020)	none	none
1.4.)					
5 1/2"-13CR-BDS	8087		6481	8102	
製品B 約25g(5950)	none	(4780)	(8020)	none	none

上記のファスターNo. 79型のマシンは次の機械要素を有する。すなわち、

- (i) 手動のリリース(可変トルク効果を得ることができる)
 - (ii) 取り外しの際の締めに関しては内蔵コンピュータまたは制御器はなし
 - (iii) ダイアグラム読み(立ち上げ時の摩擦特性を良好に指示する)
- ねじの状態はすべて試験後極めて良好であることが示された。

13CRスリーブ、内部ねじ部(結合部)に隔めつきを施した。本発明の薬剤を使用した時、シールの表面、外部ねじ部(ピン端)に隔の円環状の外縁が目視で観察できたが、これは金属-金属間のシールを明白に示すものである(試験にとって重要である)。

特表平6-510813(6)

試験 2

結合時	取外時	最小	最大	損傷	損傷
		トルク	トルク	前	後
N・m	N・m	N・m	N・m	N・m	N・m
(71-1 87F)(71-1 87F)(71-1 87F)(71-1 87F)(71-1 87F)(71-1 87F)					

2.1.)

			11335/		
13 3/8"-N-80-			15117		
のこ歯ねじ	15497	15592	(8360/	18900	
製品 A 約 50 g(11430)	(11500)	11150)	(13940)	none	none

2.2.)

			11335/		
13 3/8"-N-80-			15117		
のこ歯ねじ	14819	16161	(8360/	18900	
製品 B 約 75 g(10930)	(11920)	11150)	(13940)	none	none

試験 2. 1. 結合時と取り外し時の間の関係に満足な関係が得られた。極めて類似なもの。

試験 2. 2. 僅かに高いトルク。偏差なし。極めて類似なもの。製品 B の量は、約 50%、50 から 75 g へと増加した。これが高いトルクの理由かもしれない。

両試験において三角マークまで 9、300 Psi/ft でねじ部を固し、これを、結合時と取り外し時の許容値を三角マークから類似なものに合わせるために約 14、778~15、456 N・m (10、900~11、400 フィート・ポンド) まで焼けた。(三角マークは、これ以上越えないというパイプの接触点である)。

ねじ用グリースの量は正確ではない。試験 4. 1.) では約 175~200 g の範囲で、試験 4. 2.) では約 200 g である。試験 4. 2.) での結合の場合と取り外しの場合との間の大きな偏差の理由は不明である。しかし、三角マークは、等しい結合時トルクを達成するためには許容値内で約 3mm 越えた。他では、試験 4. 1.) では差の%は+3%で、試験 4. 2.) では-27%である。

試験 1~試験 4 の結論

本発明の薬剤は、製品 B および製品 C に比較して作業性のよいコンシステンシーを示した。それは単純で、容易で、かつ均一な塗布ができる。その上、特に製品 A に対しては、結合部の取り外しが極めて容易、つまり腐蝕作用が良好であった。均一な塗布ができるので、制御された使用ができた。色が白なので、基板の表面や不純物に対して制面することが容易であった。ねじ用グリースの洗浄・除去は、製品 C および製品 D より製品 A の方が少し容易であった。製品 A は、製品 B および製品 C と比べて、特定の薬品質、寸法、および使用ねじの種類によらないという使用性質があるように見える。試験では負の結果が出なかったからである。

以上の各種試験が示すところは、製品 A (本発明の薬剤) が、優れた保存特性に加えて、運転状況に対応しても非常に優れた強力な腐蝕を有している、つまりこれは、保存用としても運転状況への使用に対しても両用の薬剤であるということである。このような兼用性を有する効果は既知の製品 B および製品 C では得られていない。

本発明の典型的な薬剤は、次のデータを有する。

(i) 溶剤	なし
(ii) 電解質	なし
(iii) 色	白
(iv) 粘度/コンシステンシー	7200~9000 mPas/パス
(v) 密度	1100 kg/m ³
(vi) 乾燥含量、重量%	> 99
(vii) 乾燥含量、容量%	> 99
(viii) 乾燥時間	非乾燥フィルム

試験 3

結合時	取外時	最小	最大	損傷	損傷
		トルク	トルク	前	後
N・m	N・m	N・m	N・m	N・m	N・m
(71-1 87F)(71-1 87F)(71-1 87F)(71-1 87F)(71-1 87F)(71-1 87F)					

3.1.)

20"-K55-大径	14697	14684	19659	23727		
製品 A 約 100 g(10840)	(10830)	(14500)	(17500)	none	none	

3.2.)

20"-K55-大径	14751	12270	19659	23727		
製品 C 約 125 g(10880)	(9050)	(14500)	(17500)	none	none	

試験 3. 1 結合の場合と取り外しの場合との間の関係に偏差なし。

試験 3. 2 結合の場合と取り外しの場合との間に負の偏差約 17% あり。取り外し時に極めて低いので、不満足。

試験 4

結合時	取外時	最小	最大	損傷	損傷
		トルク	トルク	前	後
N・m	N・m	N・m	N・m	N・m	N・m
(71-1 87F)(71-1 87F)(71-1 87F)(71-1 87F)(71-1 87F)(71-1 87F)					

4.1.)

26"-K55-大径	39834	40742	25701	29828		
製品 A	(28380)	(30050)	(19000)	(22000)	none	none

4.2.)

26"-K55-大径	40010	28354	25701	29828		
製品 C	(29510)	(21650)	(19000)	(22000)	none	none

- (ix) 同様に 25℃ 314/319
- (x) 毒性 無害
- (xi) 耐高温性 >325℃ (落下点)

本発明の薬剤をオフショア用には、この薬剤は、環境の安全に関連する目的に対して規制が確立した特定の要件を満たさなければならない。従って、この薬剤については S I N T E F (ノルウェー) で次のような生態毒物学試験を行なう (PARCOM ガイドラインによる)。

(a) 植物性プランクトン

(Skjeltnema costatum)

(b) ブルーマッセル (むらさき貝) 試験

(Mytilus edulis)

(c) えびし試験

(Balanus improvisus)

本薬剤は、化学薬剤の試験のために OECD ガイドライン No. 117 に従い、ノルウェーのアクワティウム (Aquatium) A/S において、

(d) バイオアキュムレーション (Bioaccumulation) 試験にも掛けられた。

これらの試験 (a) ~ (d) の結果、本薬剤が、PARCOM ガイドラインに従って確立された使用要件を満たすことが示された。

補正書の写し(翻訳文)提出書 (特許法第154条の8)

特表平6-510813(7)

浄書(内容に変更なし)

平成 6 年 3 月 11 日

特許庁長官 殿

1. 特許出願の表示 PCT/NO92/00146

2. 発明の名称

パイプ結合部、特にパイプねじ部の保護および潤滑用の薬剤として、ある混合物の使用、及びこのような混合物が塗布される管材

3. 特許出願人

住所(居所) ノルウェー国エス - 1413 タルナセン、ベスタンダ 8

氏名(名称) ビク、トロン、クル

4. 代理人

所 在 地 〒100 東京都千代田区大手町二丁目2番1号
新大塚ビルディング 301
電 話 (3211) 3651 (代表)

氏 名 (0669) 関 孝 司

5. 補正書の提出年月日 1993 年 10 月 29 日

6. 添付書類の目録 補正書の写し(翻訳文) 1通

また、グリース基剤成分とセラミック添加剤の固体成分とを包含する薬剤も既知ではある。しかし、この薬剤は、前記薬剤に対して確立されている要件に関し、不適当であることが判明している。

本発明の目的は、パイプのねじ部に使用するに適した保存および潤滑の両特性を有する薬剤、すなわち、保管および輸送時の保存剤として働き、またパイプのねじ部が結合される時の潤滑剤としても働く両機能を有する薬剤を提供することである。これは、保存目的には好適な性質を有しない既知の潤滑剤、および潤滑目的性質を有していない既知の保存剤とは対照的である。

本発明の第二の目的は、掘削および生産用のパイプのねじ部に使用するに適する保存、潤滑かつ耐腐蝕特性を有する薬剤で、有毒性で環境に有害な重金属を含有しない薬剤を提供することである。

さらに、本発明の別の目的は、前述の種類の薬剤で、最小限としては、上記のAPI要件を満足する薬剤を提供することである。しかし、付け加えなければならないことは、最適な、すなわち改良された耐腐蝕作用(上記(i)に記載)を得ることを考慮して、本発明者らの選択では、既存のAPI要件より僅かではあるが逸脱した値を採用することにしたことである。

従って、本発明によれば、(a)石油系スルフォネート、カルシウムのスルフォネ酸塩およびパラフィン系鉱油(量は、石油系とカルシウムのスルフォネ酸塩が約80〜95重量%、特に約90%で、パラフィン系鉱油が約5〜20重量%、特に10重量%)の混合物を包含するグリース基剤成分と(b)約6〜7モール(mol)の範囲の硬度を有する酸化チタン(TiO₂、含有物質)含有の粉状物質を包含する、重金属を含まない固体成分との混合物を、パイプ結合部、特に掘削およびガス井に使用される配管のパイプねじ部の保存および潤滑潤滑の薬剤として用いることが提供される。

高負荷の条件下で軸受けの磨耗を最小限にするために潤滑グリース中の添加剤として固体充填剤を使用することは、既知であると言うことができる。このような添加剤としては、グラファイト、二硫化モリブデン、アスベスト、タルク、酸化亜鉛などが挙げられる。酸化亜鉛は本発明の薬剤に使用するのは適当ではないであろう。環境を汚染する作用があるから望ましくないし、硬度が不適当であ

パイプ結合部、特にパイプねじ部の保護および潤滑用の薬剤として、ある混合物の使用、及びこのような混合物が塗布される管材。

本発明は、一般に保護用および潤滑用薬剤として、ある混合物を使用する仕方に関するが、パイプ結合部、特にパイプねじ部を保護および使用することに関連して特に適用性があり、以下にそのような使い方を記載する。本発明はまたこのような使い方が行われる管に関する。以下の記載においては、「本使用仕方」という述語は、「開示の混合物を本発明に従って使用すること」を意味するものと理解するものとする。

本使用仕方は、オフショア(Offshore)およびオンショア(Onshore)両用途において油とガスとを掘削、産出させることに關して使用することを目的とする管状材料に使用するのに特に適している。本使用仕方は、パイプの鋼の品質に左右されず、管の保管/輸送の際および掘削/ガス井での使用の際の両状況にすべての種類の管状材料に使用することができるという意味で普遍的な使い方であるということができよう。

油とガスの産出は、オンショア、オフショアともに近年急激に増える主要な産業である。産油は、主として大きな国家的または国際的な会社によって行われているが、原理的には同じ技術的設計に基づいて運転されている。

掘削、採油および生産には、極めて高度な方法を使用する必要があり、使用材料自体にも、その材料の保護、保存、維持にも高度な性能を要求する巨額の投資が行われる。

産出油井の掘削およびその完成に至るまでには、いろいろな種類の材料、例えば、炭素鋼、クロム鋼などのパイプが用いられ、これらのパイプにはすべて

るからである。

本発明の薬剤は、APIの上記仕様(I)〜(viii)をすべて満足する。ただし、耐腐蝕性に関する上記の逸脱は例外である。特に注記したいのは、本発明の薬剤が325℃以上も高温に耐えることであり、これは誠に顕著な特徴である。

本発明によれば、本発明の薬剤が、上記のように、パイプのねじ部及び/又はパイプの接続部に適用されることを特徴とする管状材料が提供される。

好適なグリース基剤成分(a)は、次の組成、すなわち、約80〜95重量%、特に約90%なる量の石油系スルフォネートとカルシウムのスルフォネ酸塩および約5〜20重量%、特に10重量%なる量のパラフィン系鉱油とを有する。

既知の薬剤と比較して特に有利な点は、本発明の薬剤は決して乾燥しない(クラックが生じない)ということが言えよう。そのお蔭で上記のような有利な保存並びに潤滑特性が得られることになる。

本発明のグリース基剤部分は、溶剤を含んでいないので、これは、本発明の製品についての環境に有利な性質を強調するものである。

組成(a)の一部であるパラフィン系鉱油は、軟化剤としての機能を有し、粘弾潤滑剤であり、潤滑剤としての性質を有する。特に好ましいのは、商標「メルカソル830」の各で販売されており、前記の種類の成分を含有するグリース基剤である。より詳しく言えば、「メルカソル830」は、約90〜95重量%の量の石油系スルフォネートのカルシウム塩(例えば、同標SAC1200Aを有する市販品)と、約5〜10重量%の量の粘度調整剤としての鉱油を含有する。

全体的に言えば、グリース基剤は極めて良好な腐食防止作用も有しているもので、この事実も、本発明の薬剤が、なにかんずく、海水中および地下層中の腐食性の塩と接触して用いられる環境では相当な重要性を有するのは当然である。

固体成分(b)としてシリケート含有岩石または鉱物材料、例えば、バイオタクト(「マイクロマイカ」)を用いることも可能であると言えるが、これを用いると、最終コンパウンド製品が管材料の金属に対して腐蝕性を与えるリスクが大きくなるので、全てのパイプ製品に対して好ましいとは言えない。

手 続 補 正 書 (自 発)

請求の範囲

1. 事件の表示

平成8年3月11日提出の特許願
PCT/N082/00146

2. 発明の名称

パイプ継合部、特にパイプねじ部の保護および潤滑用の
薬料として、ある複合物の使用、及びこのような薬料が
塗布される管材

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

氏名(名称) ヒク、トロン、クル

4. 代理人

所 〒100 東京都千代田区大学町二丁目2番1号
新大塚ビルディング 331
電話 (3211) 3651 (代表)
氏名 (6689) 丹理士 利雄 冲サ 啓

3. 修正命令の日付

B. 補正により増加する請求項の数

7. 修正の対象

明細書、請求の範囲及び要約書図表文

る。補正の内容

明治書、周璇の晩年及び要約書簡訳文の抄書（内容に実質なし）


 对外贸易部
 - 6477
 输出输入

手 続 補 正 審 (自 発)

平成6年4月26日

物許庁現官殿

1. 事件の表示

平成6年3月11日提出の特許願
PCT/N092/00146

2. 見聞の名称

パイプ結合部、特にパイプねじ部の強度および潤滑用の薬剤として、ある重合物の使用、及びこのような薬剤が塗布される管材

3. 修正をすすめる

事件との関係 時許出願人

氏名(名義) ヒク、トロン、クル

4. 代理人

所 東京都千代田区大塚二丁目2番1号
新大塚ビルディング 3B1
電話 (3211) 3851 (代番)
氏名 (8689) 料理士 村松 オサ 自営

5. 修正命令の日14

6. 修正により増加する請求項の数

7. 補正の対象

修正書の解説文

8. 補正の内容

別紙のとおり

修正後の説明書の添付（内容に変更なし）

國 康 萬 益 明 售

[illegible]

This document contains the patent family members reported to the patent information office in the international phase of the PCT process. The document may be published in the PCT Office's PCT/NO file as the International Publication Office is in no way liable for errors appearing in the document or for the accuracy of the information.

02/12/92

Patent document class. of parent report	Publication date	Patent family no. (parent)	Publication date
EP-A1- 0382441	86-05-28	JP-A- 61124637 US-A- 4684227	86-05-12 86-08-05

フロントページの続き

(51) Int. Cl. 6 識別記号 庁内整理番号 F I

C 1 0 M 105:72

125:10)

C 1 0 N 10:04

10:08

20:00

Z 8217-4H

20:06

Z 8217-4H

40:04

(81) 指定国 EP(AT, BE, CH, DE, DK, ES, FR, GB, GR, IE, IT, LU, M C, NL, SE), OA(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, ML, MR, SN, TD, TG), AT, AU, BB, BG, BR, CA, CH, CS, DE, DK, ES, FI, GB, HU, JP, KP, K R, LK, LU, MG, MN, MW, NL, NO, PL, RO, RU, SD, SE, US

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.